

⑫ 公開特許公報(A)

平1-305859

⑤ Int.Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)12月11日

C 04 B 35/54

A-7412-4G

C 01 B 31/04

8218-4G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑭ 発明の名称 高密度炭素材の製造方法

⑮ 特 願 昭63-135063

⑯ 出 願 昭63(1988)6月1日

⑰ 発 明 者 奥 山 泰 男 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社内

⑱ 発 明 者 竹 川 東 明 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社内

⑲ 発 明 者 塩 出 哲 夫 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号 日本鋼管株式会社内

⑳ 出 願 人 日本鋼管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 鈴江 武彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

高密度炭素材の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 光学的異方性組織の含有量が30容積%以上のピッチに黒鉛粉を含有させてなる原料に所定の圧力下で冷間静水圧プレスをして成形体を得る工程と、該成形体に所定の昇温速度で設定した900～1400℃の温度範囲内の炭化処理を施す工程と、該炭化処理物に2500～3000℃の温度範囲で黒鉛化処理を施す工程とを具備することを特徴とする高密度炭素材の製造方法。

(2) ピッチに黒鉛粉を含有させたものが微粒体であり、240～300℃の炭化処理が施されたものである請求項第1記載の高密度炭素材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、放電加工用電極やアルミ蒸着用堆積として用いられる等方性高密度炭素材の製造方法

に関する。

〔従来の技術〕

等方性高密度炭素材は、一般にフィラーである粉砕コークスとバインダーピッチを混捏したいわゆる2元系の原料を使用している。これらの原料は、冷間静水圧プレス(CIP)等の成形方法を用いて成形され、900℃以上1400℃以下の温度において炭化焼成される。さらに得られた炭化焼成物は、3000℃までの温度範囲で熱処理され製品である等方性高密度炭素材のブロックが得られる。

このような一般的製造方法に対して、製品である等方性高密度炭素材の高強度化、均質化、高密度化、あるいは等方性化を図るために、用途に合わせて様々な工夫が提案されている。

特に、放電加工用電極のように上記特性に加えて、電気伝導度の高い材料特性が要求されるものについては、ニードルコークスを微粉砕したものをフィラーコークスとしてピッチに混合したり黒鉛粉等の易黒鉛化物の微粉砕物にピッチを混合す

ることが試みられている。また、放電加工用電極の場合、炭素材に銅を混合して用いる方法も行なわれている。

〔発明が解決しようとする課題〕

上述の方法によって、高強度で高電気伝導性の性質を兼ね備えた等方性高密度炭素材を得ようとすると、次のような問題がある。

(1) 性状の均質化と等方性化を図るために、フィラーコー克斯を微粉砕しているが、従来の方法では、均質化を図るほど細粒化の度を高くする必要があり、 $3\mu\text{m}$ あるいは $1\mu\text{m}$ 以下にフィラーコー克斯を粉砕して用いる。このように、細粒化度が増大すると、得られる等方性高密度炭素材の電気伝導度が低くなる。

(2) (1)のフィラーコー克斯の微粉砕により所要バインダー量が増加する。バインダー量が増加すると、炭化焼成過程での揮発分生成量が多くなる。このため、気孔率が増加し、高密度化が困難である。また、高強度化も図れない。

(3) 電気伝導度を向上させるために黒鉛粉に通

常のバインダーピッチを混合して炭化焼成し、黒鉛化を行う工程が提案され、また実施されている。しかし、黒鉛粉と、バインダーピッチとの接着性能が悪いため、炭化焼成過程あるいは黒鉛化過程で亀裂を生じる。仮に亀裂を生じない製品が得られても高強度化材は得られないのが現状である。

(4) (3)の接着性能を向上させるため、重合促進剤や流動性保持剤等を添加することが提案されている。しかし、いずれも、従来の2元系原料の構成を複雑にしてしまい、従来設備の改造を行わなければならない。

本発明は、かかる点に鑑みてなされたものであり、高強度でしかも高電気伝導性を有する等方性高密度炭素材を容易に得ることができる等方性高密度炭素材の製造方法を提供するものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、光学的異方性組織の含有量が30容積%以上のピッチに黒鉛粉を含有させてなる原料に所定の圧力で冷間静水圧プレスをして成形体を得る工程と、該成形体に所定の昇温速度で設

定した900～1400℃の温度範囲内の炭化処理を施す工程と、該炭化処理物に2500～3000℃の温度範囲で黒鉛化処理を施す工程とを具備することを特徴とする高密度炭素材の製造方法である。

ここで、本発明では、あらかじめ熱処理して得られる光学的異方性組織の含有量が30容積パーセント以上のピッチ、より望ましくは、含有される光学的異方性組織の含有量が70容積パーセント以上90容積パーセント以下のピッチ、さらに望ましくは、軟化点が310℃以下のピッチに10～50重量パーセントの黒鉛化粉、より望ましくは、10～20重量パーセントの黒鉛化粉を混合したものを等方性高密度炭素材の原料としている。

混合される黒鉛化粉は、天然黒鉛の微粉砕物でも良いし、導電性の高いカーボンブラックを用いても良い。黒鉛粉は細いほど良いが、グラフアイト構造が高度に発達しているものを用いることがより重要である。

この得られた混合物は、2流体ノズルや遠心ア

トマイズ等の装置装置を用いて、軟化点以上の高温領域、より好ましくは、400℃以上の温度で微粒化することでピッチと黒鉛粉の混合した微粒体とする。

微粒化の方法として、2流体ノズルや、遠心アトマイズによる方法を使用するのは、高温過程で剪断力をかけることにより、ピッチ中に一様に展開している光学的異方性組織をランダムに展開して、得られた炭素材製品の均質化と等方性を図るためである。

このようにして得られたピッチ微粒体は、240～300℃の範囲で炭化処理される。より好ましい炭化処理温度は250～280℃の範囲で30分以上保持することが望ましい。

以上の方法により得られた、炭化処理された黒鉛粉含有微粒ピッチは、等方性高密度炭素材の原料に供される。

〔作 用〕

本発明に係る高密度炭素材の製造方法によれば、上述の原料を例えば1～3t/cm<sup>2</sup>の圧力で冷間静

水圧プレス（CIP）で成形する。次いで、得られた成形体は900～1400℃の温度範囲、より好しくは900～1000℃の温度範囲に、1℃/Hr～6℃/Hrの平均昇温速度で昇温し炭化処理される。

この炭化処理物は、2500～3000℃の温度に昇温され黒鉛化処理される。

このようにして高強度でしかも電気伝導性の高い等方性高密度炭素材を製造する。

すなわち、本発明方法では、光学的異方性組織を含有するピッチに黒鉛粉を混合して微粒化したものを酸化処理して高い電気伝導性を有して、かつ、高い強度を有する等方性炭素材を製造する。

高強度化と高い電気伝導性が同時に発現するメカニズムは定ではないが、光学的異方性組織の含有割合が高いピッチを用いることにより、黒鉛粉とピッチ部分の接合性が改善され、亀裂の生成と進展を防止して高強度化が図れるものと考えられる。このことは、光学的異方性組織を構成するピッチに含有される芳香族炭化水素の成分が高度にベン

ゼン骨格が発達したものであるため、よりグラフアイト構造に近く、黒鉛粉との濡れ性が向上していると推察される。また、剪断力をピッチと黒鉛粉の微粒化に適用することにより、含有する光学的異方性構造をランダムに屈曲することが可能となる。このことは、等方性高密度炭素材としての黒鉛化製品の均質化と等方性化に寄与すると考えられる。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の実施例及び実施例の効果を確証するために行った比較例について説明する。

#### 実施例

軟化点150℃のコールタールピッチを430℃、4時間の条件で窒素気流中（1ℓ/分）で熱処理を行い、光学的異方性組織の含有量が70容量%の高軟化点ピッチ（sp300℃）を得た。

このピッチに溶融状態で黒鉛粉（10μm以下）を混合し、微粒化した。

得られた微粒化ピッチを280℃、20分の条件で酸化処理し、等方性高密度炭素材用原料を得

た。

この原料を1ℓ/cmで冷間静水圧プレス（CIP）成形した後、3℃/Hrで1000℃まで昇温し炭化処理した。その後、これをさらに誘導加熱式黒鉛化炉を用いて2800℃まで昇温し、等方性高密度炭素材製品を得た。この製品の性状を下記第1表に示した。

#### 比較例

10μm以下に微粒砕されたニードルコークスとバインダーをニードルコークス：バインダーピッチ＝62重量%：38重量%の比率で混合し上記実施例と同様な条件でCIP成形、炭化処理、黒鉛化処理を行った。得られた製品性状を下記第1表に併記した。

第 1 表

	曲げ強度 (Kg/cm)	全気孔率	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	電気抵抗 (10 <sup>-6</sup> Ωcm)	異方比
実施例品	1,400	2	2.05	1,000	1.02
比較例品	380	15	1.60	1,500	1.05

上記第1表から明らかな如く、本発明によれば比較例のものに比べ遙かに高密度でしかも電気伝導性に優れた高密度炭素材を容易に得ることができた。

#### 〔発明の効果〕

以上説明した如く、本発明に係る高密度炭素材の製造方法によれば、高密度でしかも高電気伝導性を有する高密度炭素材を容易に得ることができるものである。

Best Available Copy